

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 2001-200305

(43)Date of publication of application : 24.07.2001

(51)Int.Cl.

B22F 9/24  
H05K 9/00

(21)Application number : 2000-013265

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD  
SUMITOMO ELECTRIC FINE  
POLYMER INC

(22)Date of filing : 21.01.2000

(72)Inventor : HOSOE AKIHISA  
INASAWA SHINJI  
MASHIMA MASATOSHI  
YAMADA KATSUYA  
OKAZAKI HIROSHI  
NISHIKAWA SOJI  
SHIMOTSUJI TOSHIO**(54) ALLOY FINE POWDER, PRODUCING METHOD THEREFOR, MATERIAL FOR MOLDING, SLURRY AND ELECTROMAGNETIC WAVE SHIELDING MATERIAL USING SAME**

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide alloy fine powder extremely small in a particle size, having high purity and uniform in the composition, to provide a producing method therefor and to provide a material for molding, slurry and an electromagnetic wave shielding material which exhibits excellent shielding effect using the same.

**SOLUTION:** This alloy fine powder is obtained by blending an aqueous solution containing two or more kinds of metallic ions at least with a compound of tervalent titanium and a complexing agent bonded with tervalent titanium ions and simultaneously precipitating two or more kinds of metals, has a particle size of 1 to 100 nm and preferably exhibits soft magnetic properties. The alloy fine powder is, e.g. made into a material for molding by being dispersed into a resin or is utilized as slurry. Moreover, in the case the alloy fine powder exhibits soft magnetic properties, the same is also utilized as an electromagnetic wave shielding material.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2001-200305  
(P2001-200305A)

(43) 公開日 平成13年7月24日 (2001.7.24)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームト* (参考)
B 2 2 F 9/24		B 2 2 F 9/24	Z 4 K 0 1 7
H 0 5 K 9/00		H 0 5 K 9/00	X 5 E 3 2 1

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2000-13265(P2000-13265)

(22) 出願日 平成12年1月21日 (2000.1.21)

(71) 出願人 000002130  
住友電気工業株式会社  
大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(71) 出願人 599109906  
住友電工ファインポリマー株式会社  
大阪府泉南郡熊取町大字野田950番地

(72) 発明者 細江 晃久  
大阪市此花区島屋一丁目1番3号 住友電  
気工業株式会社大阪製作所内

(74) 代理人 100075155  
弁理士 亀井 弘勝 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 合金微粉末とその製造方法、それを用いた成型用材料、スラリーおよび電磁波シールド材料

(57) 【要約】

【課題】 粒径が極めて小さく、高純度でかつ組成の均一な合金微粉末と、その製造方法、さらにはかかる合金微粉末を用いた成型用材料、スラリー、および、優れたシールド効果を発揮する電磁波シールド材料を提供する。

【解決手段】 本発明の合金微粉末は、2種以上の金属イオンを含有する水溶液に、少なくとも3価チタンの化合物と、3価のチタンイオンと結合する錯化剤と、を配合して、2種以上の金属を同時に析出させることによって得られるものであって、粒径が1~100nmで、好ましくは軟磁気特性を示すものである。この合金微粉末は、例えば樹脂に分散させて成型用材料としたり、スラリーとして利用される。また、合金微粉末が軟磁気特性を示す場合には電磁波シールド材料としても利用される。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】2種以上の金属からなる、粒径が1～100nmの合金微粉末。

【請求項2】軟磁気特性を示す請求項1記載の合金微粉末。

【請求項3】2種以上の金属イオンを含有する水溶液に、少なくとも3価チタンの化合物と、3価のチタンイオンと結合する錯化剤と、を配合して、2種以上の金属を同時に析出させることを特徴とする合金微粉末の製造方法。

【請求項4】請求項1または2記載の合金微粉末を含有する樹脂からなる成型用材料。

【請求項5】請求項1または2記載の合金微粉末を含有するスラリー。

【請求項6】請求項2記載の合金微粉末を含有する樹脂を用いた電磁波シールド材料。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、粒径が極めて小さくかつ組成の均一性に優れた、高純度の合金粉末と、それを用いた成型用材料および電磁波シールド材料に関する。

【0002】

【従来の技術】金属粉末は粉末冶金の材料として用いられるほか、例えば金属または樹脂中に分散させることにより、新たな特性を有する種々の材料として用いられる。特に、磁性を有する金属粉末は、樹脂中に分散させることにより、電磁波シールド用材料として、あるいは電磁波のシールドを目的とした種々の成形物の原料として使用することができる。

【0003】一方、2種以上の金属の固溶体、金属間化合物およびこれらの混合物である合金は、単独の金属では得ることのできない新たな特性や、単独の金属より優れた特性を有することが多い。例えば、20%Fe-80%Ni合金（いわゆる、パーマロイ（permalloy））は透磁率が極めて高く、かつ高導電性であって、電磁波吸収材料として優れている。このため、前記パーマロイは電磁波シールド用材料として、あるいは電磁波のシールドを目的とした種々の成形物の原料として使用すべく、粉末化することが望まれている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】上記合金粉末の製造方法としては、例えば、(a) 固体金属塩の還元（還元法）等の、固相から生成する方法、(b) 沈澱析出法、電解法、溶湯の噴霧法（アトマイズ法）等の、液相から生成する方法、(c) 化合物蒸気の熱分解法等の、気相から生成する方法、が挙げられる。しかしながら、上記従来の方法により製造された、工業的に用いられている合金粉末は、いずれもその粒径が最小で数μm程度であって、数十～数百nmオーダーの、極めて粒径の小さなものは

得られていないのが現状である。一方、例えば電磁波シールド材料においては、金属粉末の粒径が小さいほど粒子間の空隙を小さくすることができ（金属粉末の充填を密とすることができ）、その結果、シールド効果が大きくなることが知られている。さらに、金属粉末が高透磁性材料である場合には、薄膜であっても電磁波を十分に吸収することが期待でき、その際、粒径が小さいほど薄膜への加工が容易となる。従って、前記パーマロイをはじめとする合金粉末の微粒子化が求められている。

【0005】さらに、上記従来の方法により製造された合金粉末には、均一な組成を得るのが困難であること、すなわち合金の粒子中に特定の元素がリッチな部分を形成する傾向があることや、高純度の合金を得るのが困難であること、といった問題もある。これらの問題は、組成が均一でかつ高純度であれば得られるであろう、合金本来の特性を阻害しているものと推測される。そこで、本発明の目的は、粒径が極めて小さく、高純度でかつ組成の均一な合金微粉末と、その製造方法とを提供することである。

【0006】本発明の他の目的は、上記の合金微粉末を用いた成型用材料、スラリー、および優れたシールド効果を発揮する電磁波シールド材料を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段および発明の効果】本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、2種以上の金属イオンを含有する水溶液に、少なくとも、還元剤としての3価チタンの化合物と、3価のチタンイオンと結合して配位化合物を形成する錯化剤と、を配合したときは、前記2種以上の金属からなる合金粉末を形成することができ、さらには、当該合金粉末の粒径を1～100nmの、極めて小さなものにするることができるとともに、純度が高くかつ組成を均一なものにすることができるという全く新たな事実を見出し、本発明を完成するに至った。

【0008】すなわち、本発明に係る合金微粉末は、2種以上の金属からなり、粒径が1～100nmであることを特徴とする。また、本発明に係る合金微粉末の製造方法は、2種以上の金属イオンを含有する水溶液に、少なくとも3価のチタン化合物と、3価のチタンイオンと結合する錯化剤と、を配合して、2種以上の金属を同時に析出させることを特徴とする。本発明において還元剤として作用する3価のチタン化合物は、3価のチタン〔Ti(III)〕から4価のチタン〔Ti(IV)〕に酸化する際の電位差が0.04V（標準電極電位）である。これに対し、例えば2価のニッケル〔Ni(II)〕を金属のニッケル〔Ni(0)〕に還元する際の電位差は0.257V、2価の鉄〔Fe(II)〕を金属の鉄〔Fe(0)〕に還元する際の電位差は0.440Vであるため、単に2価のニッケルイオンと2価の鉄イオンとを含有する水溶

液に3価のチタン化合物を配合しても還元反応は進行しない。

【0009】しかしながら、本発明に係る合金微粉末の製造方法では、3価のチタンが錯化剤と結合して配位化合物を形成し、その結果、Ti(III)からTi(IV)に酸化する際の活性化エネルギーが低下して、還元電位が大きくなる。例えば、3価のチタンイオンを錯化剤としてのクエン酸と結合させたものでは、pHが9の場合においてTi(III)とTi(IV)との電位差が1Vを超える値を示す。この値は、前述のNi(II)からNi(0)への還元電位やFe(II)からFe(0)への還元電位のほか、他の金属イオンを0価の金属に還元する電位と比べても、極めて大きなものである。

【0010】従って、本発明の製造方法によれば、水溶液中に存在する金属イオンを十分に還元することができ、さらには2種以上の金属イオンが混在している場合であっても、貴な電位の金属のみ還元することなく、2種以上の金属を均一な組成の合金として析出させることができる。本発明の製造方法において、合金中での成分金属の含有割合を任意の割合に調整するには、水溶液中での2種以上の金属イオンの含有割合を適宜調整すればよい。

【0011】それぞれの金属の還元電位が大きく異なる場合、より貴な金属が優先的に析出する。このような場合には、金属イオンを錯体化させ、還元電位を卑な方向にシフトさせることにより、それぞれの金属の還元電位が接近して、複数の金属の析出、すなわち合金としての析出が可能となる。例えば、NiとFeとの合金を析出する場合、Ni(II)イオンとFe(II)イオンは水溶液中で水和してアquo錯体を形成している。これに、例えばアンモニアとクエン酸を添加すると、水分子、アンモニアおよびクエン酸が複雑な錯体を形成する。その結果、NiとFeの還元電位が近づき、合金として析出する。

【0012】上記本発明の製造方法における金属イオンの還元反応はチタンの価数変化を利用したものであることから、パラジウム等の高価な貴金属触媒を使用しなくても反応を進行させることができる。従って、上記本発明の製造方法により得られた合金微粉末は、上記触媒の使用に起因する不純物の混入が抑制された、極めて純度の高いものとなる。また、上記本発明の製造方法では、還元剤として3価のチタン化合物を用いているが、Ti(III)からTi(IV)への酸化反応はpHに依存するものであって、2種以上の金属イオンを含有する水溶液中にアンモニア水、炭酸ナトリウムや炭酸カリウム等の炭酸塩、水酸化ナトリウムや水酸化カリウム等の、従来公知の種々のアルカリを添加し、そのpHを高くしておくことによって、前記水溶液内のいたるところで前記金属イオンの還元反応の核発生を進行させることができる。

【0013】また、還元剤として3価のチタン化合物を用いることにより、還元反応の核成長よりも核発生を優

先させて進行させることができるため、析出した核がほとんど成長しない。これは、3価のチタンには、析出した金属上へのさらなる析出を進行させるといった、自己触媒作用がほとんど見られないことに起因する。従って、上記本発明の製造方法により得られた合金微粉末は、その粒径が1~100nmの極めて小さな粒子となる。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明の合金微粉末は、前述のように、2種以上の金属イオンを含有する水溶液に、少なくとも3価のチタン化合物と、3価のチタンイオンと結合する錯化剤と、を配合して、2種以上の金属を同時に析出させることによって得られるものであって、2種以上の金属からなり、粒径が1~100nmであることを特徴とする。

【0015】上記本発明の製造方法によって得られる合金微粉末の粒径は、前述のように1~100nmであって、平均粒径は50nm程度である。なお、上記本発明の合金微粉末はそれ自体が一次粒子であって、この合金微粉末は鎖状に繋がって二次粒子を形成していてもよい。上記本発明の合金微粉末を構成する金属元素としては、例えばニッケル、鉄、コバルト、マンガン、モリブデンが挙げられる。

【0016】中でも、ニッケルと鉄とからなる合金微粉末、とりわけ全体の10~30重量%が鉄であって、残りがニッケルである、いわゆるパーマロイは、透磁率が極めて高く、軟磁性材料として優れていることから、電磁波シールド材料等に好適に用いられる。上記本発明の合金微粉末には、成分元素の種類およびその含有割合を適宜調整することによって、軟磁気特性を付与することができる。

【0017】軟磁気特性を示す合金微粉末は、その保磁力が3000A/m以下であるのが好ましく、100A/m以下であるのがより好ましい。また、その透磁率が100以上であるのが好ましく、1000以上であるのがより好ましい。合金微粉末の保磁力が上記範囲を超えると、硬磁性材料としての性質を示すことになるため、例えば電磁波シールド材料への適用に不向きとなるおそれがある。また、合金微粉末の透磁率が上記範囲を下回ると、外部から加えられた磁界の変化に対する応答率が低下するため、例えば電磁波シールド材料への適用に不向きとなるおそれがある。

【0018】上記本発明の合金微粉末は、前述のように、パラジウム等の高価な貴金属触媒を使用せずに得られるものであって、それゆえ、上記触媒の使用に起因する不純物の混入が抑制されている。具体的には、本発明の合金微粉末においては、還元剤である3価のチタン化合物に由来する酸化チタンの混入量が100ppm以下、好ましくは不可避的な量にまで抑制されている。また、パラジウムの混入量は10ppm以下に抑制されて

いる。

【0019】本発明の合金微粉末がニッケルを含む合金微粉末である場合において、その製造には、従来のニッケルの還元反応に用いられる次亜リン酸ナトリウムや水素化ホウ素ナトリウムを還元剤として使用しないことから、リンおよびホウ素の混入量はそれぞれ10ppm以下に抑制される。本発明の合金微粉末の製造方法において、還元剤として用いられる3価チタンの化合物としては、例えば三塩化チタン( $\text{TiCl}_3$ )、三塩化チタンと四塩化チタンの混合物等が挙げられる。

【0020】合金微粉末を析出させる際の、2種以上の金属イオンを含有する水溶液中での上記還元剤の含有量は特に限定されるものではないが、例えば三塩化チタンを希塩酸水溶液として用いる場合には、前記水溶液中での三塩化チタンのモル濃度を析出させたい金属イオンのモル濃度に対して1~2倍となるように調整すればよい。本発明の合金微粉末の製造方法において、還元剤としての3価チタン化合物と結合する錯化剤としては、例えばクエン酸、酒石酸、ニトリロ三酢酸(NTA)、エチレンジアミン四酢酸(EDTA)等のカルボン酸と、これらのナトリウム塩、カリウム塩およびアンモニウム塩が挙げられる。これらのほか、エチレンジアミン等を挙げることもできる。

【0021】合金微粉末を析出させる際の、2種以上の金属イオンを含有する水溶液中での上記錯化剤の含有量は、特に限定されるものではないが、例えば錯化剤がクエン酸またはクエン酸ナトリウムであって、還元剤として三塩化チタンである場合には、互いに等モル量となるように配合すればよい。本発明の合金微粉末がニッケルと鉄との合金である場合において、当該合金微粉末を析出させるための、ニッケル(II)イオンと鉄(II)イオンとを含有する水溶液には、 $\text{Ni}$ (II)イオンと結合させるための錯化剤としてアンモニア、クエン酸、グルコン酸、酒石酸等を配合するのが好ましい。

【0022】本発明の合金微粉末は、例えばポリエチレン(PE)、ポリプロピレン(PP)、ポリスチレン(PS)、スチレン系熱可塑性エラストマー等の、従来公知の種々の樹脂に分散させることにより、成型用材料として用いることができる。また、本発明の合金微粉末は、下記のバインダー等と混合することにより、スラリーとして提供することもできる。かかるスラリーは、例えば噴霧成形等に供して、合金被膜を形成するといった用途に用いられる。

【0023】上記スラリーを形成するのに用いるバインダは、無機物および有機物のいずれであってもよい。無機バインダとしては、例えばゾル-ゲルセラミック等が、塗料としての分散性や塗装性等の作業面から好適である。有機バインダとしては、エンジニアリングプラスチックや汎用プラスチック、ゴムから任意に選択可能であって、塗工対象の耐熱性や耐溶剤性、あるいは、塗

工、乾燥、キャストリング等の条件を勘案して、適宜選択すればよい。

【0024】上記プラスチックとしては、例えばポリイミド(PI)、ポリアミドイミド(PAI)、ポリエーテルスルホン(PES)、ポリスルホン(PSF)、ポリエーテルイミド(PEI)、ポリカーボネート(PC)、ポリアミド(PA)(特に、ナイロン樹脂)、芳香族ポリエステル、(PBI)、(PPS)、ポリエーテルエーテルケトン(PEEK)、フッ素樹脂等の、いわゆる耐熱エンブラのほか、エポキシ樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、(メタ)アクリル系樹脂、塩化ビニル樹脂、ポリアセタール樹脂、飽和ポリエステル系樹脂、ポリフェニレンオキシド(PPO)、フェノール樹脂、アリル樹脂、ABS樹脂、ポリプロピレン(PP)、ポリエチレン(PE)、ポリ-4-メチルペンテン-1(PMP)等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0025】上記ゴムとしては、例えば天然ゴム(NR)、アクリロニトリル-ブタジエンゴム(NBR)、イソブレンゴム(IR)、ニトリル-ブタジエンゴム(NBIR)、クロロブレンゴム(CR)、スチレン-ブタジエンゴム(SBR)、ウレタンゴム、フッ素ゴム、シリコンゴム等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。上記例示のバインダは、水溶液、有機溶剤溶液、水と有機溶剤の混合溶液、水系もしくは有機溶剤系(または、それらの混合物系)の分散液、として用いられる。

【0026】上記バインダと本発明の合金微粉末との分散性を良好なものとするには、界面活性剤を添加するのが好ましい。また、相溶化剤やシランカップリング剤等の表面処理剤を添加するのも好ましい。さらに、分散状態を制御するために、ポリマーブレンドやポリマーアロイを積極的に用いることができる。その際、上記例示のポリマーおよびその他のポリマーを任意に混合することができる。

【0027】また、塗膜に着色を施したり、その強度を補強したりすることを目的として、フィラーを併用配合することができる。上記スラリーは、種々の配合剤を混合した、通常のポリマー組成物として提供することもできる。上記スラリーにおける合金微粉末の含有量は、通常、合金微粉末とバインダとの総量に占める合金微粉末の重量割合が5~95重量%程度となるように設定される。

【0028】上記含有量の下限は、バインダの比重やスラリーに求められる厚膜塗工性に応じて設定されるものであって、特に限定されるものではないが、上記範囲(5重量%)を下回ると、スラリーを数十~100 $\mu\text{m}$ 前後の一般的な塗工膜厚とした場合に電磁波を十分なレベルにまで遮蔽することができなくなるおそれがある。塗工膜厚が数十 $\mu\text{m}$ レベルとする場合には、含有量の

限を10重量%とするのが好ましい。また、塗工膜厚が数十 $\mu\text{m}$ レベルであり、かつ、電磁波の完全な遮蔽を目的とする場合には、含有量の下限を30重量%とするのが好ましい。

【0029】一方、上記含有量の上限は、スラリーを塗工した後、バインダで保持可能な塗膜物性によって決定されるものであり、かつ、バインダの比重や合金微粉末等のフィラーの保持性に依りて設定されるものであることから、特に限定されるものではないが、機械的強度を殆ど要求しない用途においては上記範囲(95重量%)を上限とするのが好ましい。熱膨張・収縮や振動等に耐え得る最低限の機械的強度が要求される場合には、含有量の上限を90重量%とするのが好ましい。また、熱膨張・収縮や振動等に十分に耐え、かつ、多少の可撓性を要求される用途・部位に使用する場合には、含有量の上限を60重量%とするのが好ましい。

【0030】本発明の合金微粉末が軟磁気特性を示す場合には、当該合金微粉末を樹脂中に分散させて成形することにより、たとえ薄くても、優れたシールド効果を有する電磁波シールド材料を得ることができる。上記成型用材料および電磁波シールド材料における合金微粉末の含有量は特に限定されるものではない。それぞれの用途に応じて適宜設定される。

【0031】

【実施例】次に、実施例および比較例を挙げて、本発明をさらに具体的に説明する。

〔合金微粉末の製造〕

実施例1

硫酸ニッケル22g/L、クエン酸ナトリウム40g/L、硫酸鉄2g/L、三塩化チタン20%希塩酸水溶液60mL/Lの溶液を作成し、70℃に加熱して水分を除去した。この溶液を攪拌しながらアンモニア水を100mL/L添加して、合金微粉末の析出を開始させた。10分間放置した後、遠心分離機にて粉末を回収した。得られた粉末を純水にて洗浄し、再度遠心分離機にて回収した後、120℃に加熱して水分を除去することにより、合金微粉末を得た。

【0032】得られた合金微粉末を走査電子顕微鏡写真にて観察したところ、その粒径は、小さいものでも10~12nm、平均で50nmであって、100nmを超えるものは観察されなかった。さらに、得られた合金微粉末を溶解し、化学分析した結果、その組成はニッケル(Ni)が60重量%、鉄(Fe)が40重量%であった。

比較例1

アトマイズ法によって合金粉末を作製した。すなわち、垂直式水噴霧装置を用い、Fe-78%Ni合金の溶湯を噴霧化して合金粉末を作製した。

【0033】得られた走査電子顕微鏡写真にて観察したところ、その粒径は、平均で50 $\mu\text{m}$ (50000n

m)であった。

比較例2

いわゆる還元法によって、Fe-Niの合金粉末を製造した。すなわち、鉄(Fe)とニッケル(Ni)との混合硫酸鉛塩水溶液を、FeとNiとの重量比が2:8となるように調製し、これにシュウ酸ナトリウム溶液を加えることによって、FeとNiとのシュウ酸塩固溶体沈殿物を得た。次いで、この沈殿物を水素雰囲気中で380℃に加熱し、還元することによって、Niが80重量%、Feが20重量%の合金粉末を得た。

【0034】得られた合金粉末を走査電子顕微鏡写真にて観察したところ、その粒径は、平均で5 $\mu\text{m}$ (5000nm)であった。上記実施例1および比較例1、2の記載より明らかなように、実施例1では極めて小さな粒径の合金微粉末を得ることができたのに対し、比較例1および2の合金粉末は、その粒径が実施例1のものに比べて数千から数万倍もの極めて大きなものであった。

【0035】なお、比較例1のアトマイズ法は、2種以上の金属を一旦溶解し、これを固めることによって微粉末を得る方法であるため、合金粉末の粒径が大きくなるほかに、粉末中での金属の均一性が低くなるという問題がある。また、比較例2の還元法は、溶液中に分散した金属イオンを凝集させて固溶体とした上で、合金粉末を製造する方法であるため、前記アトマイズ法に比べて合金粉末の均一性が高いものの、固溶体形成時の粒度調整が困難であることに起因して合金粉末の粒径が大きくなるという問題がある。

【0036】〔成型用材料の製造〕

実施例2

硫酸ニッケル22g/L、クエン酸ナトリウム40g/L、硫酸鉄1g/L、三塩化チタン20%希塩酸水溶液15mL/Lの溶液を作成し、温度を30℃に調整した。この溶液を攪拌しながらアンモニア水を100mL/L添加して、合金微粉末の析出を開始させた。10分間放置した後、遠心分離機にて粉末を回収した。得られた粉末を純水にて洗浄し、再度遠心分離機にて回収した後、120℃に加熱して水分を除去することにより、合金微粉末を得た。

【0037】得られた粉末を溶解し、化学分析した結果、その組成はニッケル(Ni)が80重量%、鉄(Fe)が20重量%であった。さらに、得られた粉末をブチルゴムと混練し、ロールにて0.1mmのシート状に加工して、LCDビデオケーブルに1巻きた。

比較例3

大同特殊鋼(株)製の、厚さ0.5mmの電磁波吸収(DRP)シート(平均直径20 $\mu\text{m}$ 、厚さ1 $\mu\text{m}$ の軟磁性扁平粉をゴムと混練したもの)をLCDビデオケーブルに1巻きた。

【0038】LCDビデオデッキに接続されたケーブルの電磁波放射ノイズを、前記ケーブルに上記実施例2お

10

20

30

40

50

よび比較例3で得られたシートを被覆する前と、被覆した後測定した。シートを被覆する前では、周波数200 MHz近傍に48 dBの高いノイズが見られたが、実施例2のシートを被覆するとノイズが30 dBに減衰した(減衰率62.5%)。これに対し、比較例3では35 dBへの減衰(減衰率72.9%)にとどまった。

【0039】〔スラリーの製造〕

#### 実施例3

固形分濃度25重量%、ブチルセロソルブ15重量%、水60重量%の水分散高分子ポリエステル〔東洋紡(株)製の商品名「バイロナルMD1220」〕500 gに、実施例2で得られたNi-Fe合金微粉末125 gを加え、ホモジナイザーを用いて5000 rpmで約30分間攪拌した。なお、攪拌時には水浴で冷却し、内容物をほぼ室温に保った。こうして、固形分中の合金微粉末の重量分率が50重量%である分散液を得た。

【0040】また、合金微粉末の投入量を変えたほかは上記と同様にして、固形分中の合金微粉末の重量分率が30重量%である分散液を得た。

#### 実施例4

ポリエーテルイミド樹脂〔GE社製の商品名「ウルテム1000」〕100 gをテトラヒドロフラン(THF)600 gに溶解して溶液を得た。別途、THF300 gにフッ素系界面活性剤〔ダイキン工業(株)製の「DS401」〕60 gを加え、ホモジナイザーを用いて5000 rpmで5分間攪拌し、十分に分散された界面活性剤分散液を得た。

\*【0041】この界面活性剤分散液に、実施例1で得られた合金微粉末100 gを加え、引き続いて水浴冷却下にて、ホモジナイザーを用いて5000 rpmで約30分間攪拌し、合金微粉末の分散液を得た。この合金微粉末分散液に上記溶液を加え、引き続き約30分間攪拌して、固形分中の合金微粉末の重量分率が50重量%である、合金微粉末分散ポリエーテルイミド溶液を得た。

【0042】また、合金微粉末の投入量を変えたほかは上記と同様にして、固形分中の合金微粉末の重量分率が30重量%である、合金微粉末分散ポリエーテルイミド溶液を得た。上記実施例3で得られた分散液、および実施例4で得られたポリエーテルイミド溶液をそれぞれエアスプレーに充填し、ノートパソコンの筐体内部に、乾燥時に所定の膜厚となるように塗工した。

【0043】塗工後、実施例3の分散液については130℃で15分間、実施例4の溶液については室温で30分間風乾した後、双方とも、80℃で15分間追乾燥させて塗膜を作製した。上記塗膜について、電磁波放射ノイズを測定したところ、上記分散液または溶液からなる塗膜を形成する前において、ノートパソコンから放射される電磁波は、200 MHzの成分が50 dB  $\mu$ /m、190 MHzの成分が40 dB  $\mu$ /mであった。これに対し、上記塗膜を形成した後においては、実施例3および4のいずれにおいても、膜厚が30  $\mu$ mとなるように塗工を施したものでは、200 MHzの成分が34 dB  $\mu$ /m、190 MHzの成分が30 dB  $\mu$ /mであって、十分な減衰がなされていることが分かった。

フロントページの続き

(72)発明者 稲澤 信二

大阪市此花区島屋一丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

(72)発明者 真嶋 正利

大阪市此花区島屋一丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

(72)発明者 山田 克弥

大阪府泉南郡熊取町大字野田950番地 住友電気ファインポリマー株式会社内

(72)発明者 岡崎 博志

大阪府泉南郡熊取町大字野田950番地 住友電気ファインポリマー株式会社内

(72)発明者 西川 宗司

大阪府泉南郡熊取町大字野田950番地 住友電気ファインポリマー株式会社内

(72)発明者 下辻 俊雄

大阪府泉南郡熊取町大字野田950番地 住友電気ファインポリマー株式会社内

Fターム(参考) 4K017 AA04 BA03 BB04 BB06 BB07

CA08 DA02 EJ01 FB07 FB11

5E321 BB31 BB33 BB53 GG05 GG11